

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA  
DO RIO DE JANEIRO



**Guilherme Brandão Patusco**

**Estudo da influência do polímero PVA no  
comportamento de um sensor MEMS de  
umidade**

**Projeto de Graduação**

Projeto de Graduação apresentado ao Departamento de Engenharia  
Mecânica da PUC-Rio

Orientador: Arthur Martins Barbosa Braga  
Coorientador: Sully Mejia Milena Quintero

Rio de Janeiro  
Fevereiro de 2017

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço, primeiramente, a Deus por ter me guiado a concluir o curso de graduação em Engenharia Mecânica da Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Eu me sinto plenamente honrado por esta oportunidade e orgulhoso por finalizar com êxito esta etapa da minha vida.

Gostaria de agradecer a todo apoio que recebi da minha querida Mãe, Claudia Brandão Patusco, ao longo de minha trajetória. Seu carinho, motivação e amor foram essenciais para a minha caminhada.

Agradeço à minha coorientadora, Sully Quintero, que também é minha supervisora no Laboratório de Sensores a Fibra Óptica da PUC-Rio, pelos mais de quatro anos de muito companheirismo e amizade. Eu sou extremamente grato pela atenção que recebi, tanto no desenvolvimento do presente trabalho, quanto no exercício das atividades diárias no laboratório. Eu admiro muito a sua conduta e me sinto muito feliz em ter oportunidade de trabalhar com uma pessoa tão especial, dedicada, profissional, porém ao mesmo tempo atenciosa e amiga.

Gostaria também de agradecer ao Coordenador do curso de Engenharia de Petróleo da PUC-Rio e meu orientador, Arthur Braga, pela confiança em meu trabalho e apoio concedido desde o início do curso de graduação em Engenharia Mecânica. Este enorme apoio foi essencial para a conclusão do curso, portanto gostaria de expressar minha profunda gratidão.

Também gostaria de agradecer ao professor Marco Cremona, do Departamento de Física da PUC-Rio, por permitir o uso de equipamentos necessários à realização deste projeto. Da mesma maneira, agradeço à professora Maria Isabel Pais, do Departamento de Química da PUC-Rio, por colaborar com o desenvolvimento deste trabalho, cedendo equipamentos essenciais ao andamento dos experimentos. Tenho muita gratidão por ter recebido todo o apoio dos professores e técnicos dos laboratórios vizinhos.

Agradeço aos meus companheiros do LSFO PUC-Rio, Sávio Figueiredo, Victor Takahashi, Sergio Escobar, Hugo Gomes e André dos Santos, e aos técnicos do DEM, Marcio França e Alexandre Fernandes, pelos anos de amizade e por sempre colaborarem com o andamento do projeto.

Agradeço, finalmente, à Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro pela excelência em ensino fornecida ao longo dos cinco anos de graduação.

## RESUMO

### **Estudo da influência das características mecânicas do polímero PVA na sensibilidade de um sensor MEMS de umidade**

Os sensores MEMS (*Micro ElectroMechanical Systems*), baseados em ressonadores do tipo SAW (*Surface Acoustic Wave*), oferecem vantagens com relação ao tipo de interrogação, dimensões, consumo elétrico, custo, entre outros.

Neste projeto será realizada a preparação e caracterização do polímero PVA (*Polyvinyl Alcohol*) ou Álcool Polivinílico, que servirá como elemento sensor de umidade após ser depositado na superfície de um ressonador SAW. Ressonadores SAW, cobertos por camada de PVA com diferentes concentrações, serão expostos a diferentes condições de umidade relativa e os resultados obtidos experimentalmente serão comparados com os obtidos por um modelo numérico.

Palavras chaves: Sensores MEMS. Ressonador SAW. Sensor de umidade. Polímero PVA. Onda Acústica de Superfície. Deposição de PVA.

## ABSTRACT

### **Study of the influence of the *Polyvinyl Alcohol* (PVA) mechanical properties on the sensitivity of a MEMS humidity sensor**

MEMS (*Micro ElectroMechanical Systems*) sensors, based on SAW (*Surface Acoustic Wave*) resonators, offer advantages regarding to interrogation type, dimensions, electrical consumption, cost, among others.

In this project, the preparation and characterization of the polymer PVA (*Polyvinyl Alcohol*) will be carried out, which will serve as a humidity sensing element after being deposited on the surface of a SAW resonator. SAW resonators, covered by PVA layers with different concentrations, will be exposed to different relative humidity conditions and the results obtained experimentally will be compared with those obtained by a numerical model.

Key-words: MEMS. Micro ElectroMechanical Systems. SAW resonator. Humidity sensor. Polyvinyl Alcohol. PVA. Surface Acoustic Wave. SAW. Spin coating.

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b>	<b>9</b>
1.1	MOTIVAÇÃO	10
1.2	OBJETIVO	10
1.3	ESTRUTURA DO TRABALHO	10
<b>2</b>	<b>SENSORES MEMS</b>	<b>11</b>
<b>3</b>	<b>RESSONADORES SAW</b>	<b>13</b>
<b>4</b>	<b>O POLÍMERO PVA</b>	<b>15</b>
<b>5</b>	<b>METODOLOGIA EXPERIMENTAL</b>	<b>17</b>
5.1	PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DO POLÍMERO PVA	17
5.1.1	<i>Preparo das Soluções</i>	18
5.1.2	<i>Produção dos Filmes</i>	21
5.1.3	<i>Ensaio de Tração</i>	23
5.1.4	<i>Determinação do Módulo de Elasticidade</i>	23
5.2	ESTUDO DA VARIAÇÃO DE MASSA	26
5.2.1	<i>Cálculo do Coeficiente de Absorção</i>	28
5.3	ESTUDO DA VARIAÇÃO DE FREQUÊNCIA	30
5.3.1	<i>Preparação dos Ressonadores SAW</i>	31
5.3.2	<i>Montagem Experimental</i>	34
5.3.3	<i>Resultados da Variação de Frequência</i>	35
<b>6</b>	<b>RESULTADOS EXPERIMENTAIS</b>	<b>40</b>
<b>7</b>	<b>CONCLUSÕES E PROJETOS FUTUROS</b>	<b>42</b>
<b>8</b>	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b>	<b>43</b>

## Lista de figuras

Figura 1 – Diagrama esquemático dos componentes de um dispositivo MEMS.....	12
Figura 2 - a) Um motor de silício MEMS juntamente com um fio de cabelo humano [4] e b) as pernas de um ácaro de pé sobre as engrenagens de um micromotor [5]. .....	13
Figura 3 - Exemplos de ressonadores baseados em ondas acústicas de superfície - SAW. ....	14
Figura 4 - SAW aberto, com imagem aproximada do cristal (quartzo) e da matriz de transdutores interdigitais .....	15
Figura 5 - Pesagem das porções de PVA para preparo das soluções (2%, 4% e 6%) .....	19
Figura 6 - Processo de solubilização do PVA .....	20
Figura 7 - Processo de retirada de ar da solução polimérica.....	21
Figura 8 - Molde utilizado para a fabricação dos filmes finos de PVA .....	21
Figura 9 - Estufa <i>Votsch</i> VCL 4010.....	22
Figura 10 - Interior da estufa com o molde e o recipiente perfurado .....	22
Figura 11 - Filmes finos de PVA .....	23
Figura 12 - Corpos de prova preparados para ensaio de tração .....	23
Figura 13 - a) Máquina de Tração Instron Electroplus E10000; b) Corpo de prova posicionado para ensaio de tração.....	24
Figura 14 - Ressonador SAW HIB 433,92 MHz .....	32
Figura 15 - Processo de abertura do ressonador SAW .....	32
Figura 16 - SAW coberto por gota de PVA antes do processo de spin coating .....	33
Figura 17 - Sistema composto por placa de circuito elétrico, ressonador e conector SMA... ..	33
Figura 18 - Bancada experimental com imagem aproximada dos ressonadores.....	34
Figura 19 - Comparativo entre os revestimentos de 2% PVA (a) e 6% PVA (b).....	38
Figura 20 - Comparativo entre os revestimentos de 4% PVA (c) e 6% PVA (d) .....	38
Figura 21 - Outros ressonadores revestidos com 6% PVA .....	39

## Lista de tabelas

Tabela 1 - Resultados obtidos nos ensaios de Variação de Massa.....	27
Tabela 2 - Resultado consolidado do ensaio de Variação de Massa .....	27
Tabela 3 - Valores individuais do Coeficiente de Absorção em função da umidade.....	29
Tabela 4 - Valores médios do Coeficiente de Absorção em função da umidade .....	29

## Lista de gráficos

Gráfico 1 - Curva de Tensão x Deformação com Módulo de Elasticidade (2% PVA) .....	25
Gráfico 2 - Curva de Tensão x Deformação com Módulo de Elasticidade (4% PVA) .....	25
Gráfico 3 - Curva de Tensão x Deformação com Módulo de Elasticidade (6% PVA) .....	26
Gráfico 4 - Variação de Massa x Umidade Relativa das amostras de PVA.....	28
Gráfico 5 - Valores médios do Coeficiente de Absorção de água do PVA em função da umidade.....	30
Gráfico 6 - Delta Frequência e Umidade Relativa em função do Tempo (2% PVA) .....	35
Gráfico 7 - Delta Frequência x Umidade Relativa (Curva de Sensibilidade - 2% PVA).....	36
Gráfico 8 - Delta Frequência e Umidade Relativa em função do Tempo (4% PVA) .....	37
Gráfico 9 - Delta Frequência x Umidade Relativa (Curva de Sensibilidade - 4% PVA).....	37
Gráfico 10 - Delta Frequência e Delta Massa em função da Umidade Relativa (2% PVA)...	41
Gráfico 11 - Delta Frequência e Delta Massa em função da Umidade Relativa (4% PVA)...	41



## 1 Introdução

Existe uma necessidade contínua de sistemas de detecção de umidade relativa, especialmente em baixos níveis, que sejam precisos, confiáveis e de baixo custo, não só para o conforto humano, mas também para uma ampla gama de aplicações na indústria química, controle de processos, ciências atmosféricas, agricultura, entre outras. Para ser eficaz, um sensor de umidade relativa deve apresentar alta sensibilidade, ampla faixa dinâmica, boa estabilidade, resposta rápida, baixo ruído com alta resolução, boa reprodutibilidade, longa duração, resistência a contaminantes, eletrônica de fácil interface, estrutura simples, tamanho e peso reduzidos a um custo mínimo. Até a presente data, nenhum sistema de detecção único corresponde a todos esses critérios, portanto, a demanda para um sistema de detecção que possa alcançá-los é crescente. Os dispositivos microeletromecânicos (MEMS), baseados em Ondas Acústicas de Superfície (SAW - *Surface Acoustic Waves*) são candidatos promissores para alcançar esses objetivos.

Dentre as características mais atraentes dos dispositivos SAW, podemos citar a sua estrutura simples, leve, de baixo custo, a alta sensibilidade e o excelente desempenho térmico, caracterizado pela resistência à alta temperatura, com boa estabilidade e baixo ruído térmico. Outra vantagem é o fato de poderem operar passivamente, não necessitando de uma fonte própria de energia.

O presente trabalho está inserido em um projeto de pesquisa do Laboratório de Sensores a Fibra Óptica (LSFO) da PUC-Rio, que visa estudar os fenômenos físicos envolvidos nos sensores MEMS, especificamente os ressonadores acústicos, assim como a aplicação dos mesmos. Com essa finalidade, foi proposta a elaboração de um sistema composto por um ressonador SAW revestido por fina camada do polímero PVA (*Polyvinyl Alcohol* - Álcool Polivinílico) para atuar como elemento sensor de umidade. Foram testados sensores revestidos por camadas poliméricas com concentração de 2%, 4% e 6% de PVA.

O projeto de pesquisa também abrange a aplicação de um modelo numérico do comportamento dos sensores, que tem como parâmetros de entrada o Módulo de Elasticidade e o Coeficiente de Absorção de água do PVA. Portanto, é uma atribuição do presente projeto a determinação de tais parâmetros.

## 1.1 Motivação

A motivação do projeto é aprofundar a compreensão do princípio de funcionamento de sensores de umidade baseados em ressonadores SAW revestidos por camada polimérica a fim de contribuir para a melhoria dos sistemas de sensoriamento de umidade relativa. Este Projeto de Graduação pretende dar continuidade ao estudo realizado pelo estudante de mestrado em Engenharia Mecânica da PUC-Rio, Sergio Gutierrez Escobar, a respeito da aplicação de sensores MEMS no controle de umidade [1].

## 1.2 Objetivo

O objetivo geral deste trabalho é buscar estabelecer uma correlação entre a variação da frequência de ressonância de um dispositivo SAW devido à variação de massa da camada polimérica de PVA, que reveste tal dispositivo, causada por mudanças na umidade relativa do ambiente.

Os objetivos específicos do projeto são:

- Estudar a variação de massa de amostras de PVA, com diferentes concentrações, em função de alterações na umidade.
- Determinar o Coeficiente de Absorção de água e o Módulo de Elasticidade do PVA, que são parâmetros necessários para a simulação numérica.
- Estudar a variação de frequência dos dispositivos SAW, revestidos por camadas poliméricas de diferentes concentrações, em função da umidade relativa.

## 1.3 Estrutura do Trabalho

O presente projeto foi dividido em três seções. A primeira seção (Seção A) destina-se a apresentar os conceitos teóricos envolvidos neste estudo. Já na Seção B, são apresentados os procedimentos experimentais realizados ao longo do projeto. E, finalizando, a Seção C é composta pela análise dos resultados obtidos experimentalmente, além das conclusões alcançadas e projetos para o futuro.

## SEÇÃO A – Análise Teórica

### 2 Sensores MEMS

*Electromechanical Microsystems, Micro-Electro-Mechanical Systems* (MEMS) ou Sistemas Microeletromecânicos representam uma classe de dispositivos que combinam funções mecânicas e eletrônicas em escala micrométrica. Através da utilização de técnicas de microfabricação adaptadas da indústria de semicondutores, a integração é realizada entre estruturas móveis, sensores, atuadores e eletrônicos, possibilitando a implementação de sistemas miniaturizados completos [2].

Os MEMS são constituídos por componentes com dimensões compreendidas entre 1 e 100 micrometros (0,001 mm a 0,1 mm) e os dispositivos MEMS geralmente variam, em tamanho, entre 20 micrometros e 1000 micrometros (0,02 mm a 1,0 mm). Normalmente consistem de uma unidade central que processa dados (o microprocessador) e vários componentes que interagem com o ambiente, tais como microsensores. Os tipos de dispositivos MEMS podem variar desde estruturas relativamente simples sem elementos móveis até sistemas eletromecânicos extremamente complexos com múltiplos elementos móveis sob o controle da microeletrônica integrada. Esses dispositivos (ou sistemas) têm a capacidade de detectar, controlar e atuar na microescala e gerar efeitos na escala macro. O termo usado para definir MEMS varia em diferentes partes do mundo. Nos Estados Unidos e basicamente em toda a América eles são predominantemente chamados de MEMS, enquanto na Europa são denominados *Microsystems Technology* (MST) e, no caso do Japão, *Micromachines*.

Independentemente da terminologia, o diferencial de um dispositivo MEMS está na forma como este é feito. Enquanto os dispositivos eletrônicos são fabricados usando a tecnologia de circuitos integrados (chip de computador), os componentes micromecânicos são fabricados por sofisticadas manipulações de silício e outros substratos usando processos de fabricação de micromáquinas. Processos, tais como micromecanização a granel e em superfície (*bulk and surface micromachining*), bem como micromecanização de aspecto elevado (*high-aspect-ratio micromachining - HARM*), removem seletivamente partes do silício ou adicionam camadas estruturais adicionais para formar os componentes mecânicos e

eletromecânicos. Enquanto os circuitos integrados são projetados para explorar as propriedades elétricas do silício, MEMS aproveitam as propriedades mecânicas do silício ou suas propriedades elétricas e mecânicas [3].

Na forma mais geral, MEMS consistem em microestruturas mecânicas, microssensores, microactuadores e microeletrônica, todos integrados no mesmo chip de silício. Isto é mostrado esquematicamente na Figura 1.

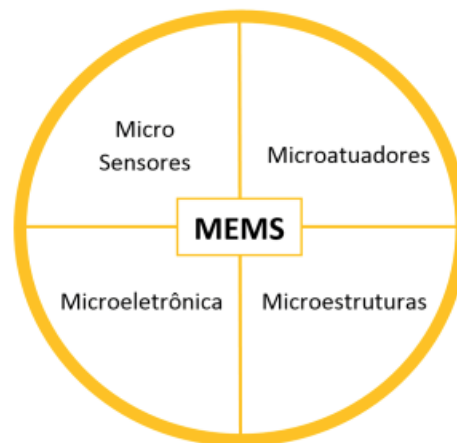


Figura 1 – Diagrama esquemático dos componentes de um dispositivo MEMS

Embora os elementos funcionais dos MEMS sejam estruturas miniaturizadas, sensores, atuadores e microeletrônica, os elementos mais notáveis (e talvez os mais interessantes) são os microsensores e os microactuadores. Ambos são adequadamente classificados como "transdutores", que são definidos como dispositivos que convertem a energia de uma forma para outra. No caso dos microsensores, o dispositivo converte tipicamente um sinal mecânico medido num sinal elétrico [2].

Nas últimas décadas, os pesquisadores e desenvolvedores de MEMS demonstraram um número extremamente grande de microsensores para quase todas as modalidades de detecção possíveis, incluindo temperatura, pressão, forças inerciais, espécies químicas, campos magnéticos, radiação, entre outras. Notavelmente, muitos destes microsensores demonstraram desempenhos superiores quando comparados aos de macroescala, ou seja, a versão micromecanizada de, por exemplo, um transdutor de pressão, normalmente supera um sensor de pressão feito usando as técnicas de usinagem de nível de macroescala mais precisas. Não só o desempenho dos dispositivos MEMS é

excepcional, mas seu método de produção aproveita as mesmas técnicas de fabricação de lotes usadas na indústria de circuitos integrados, o que pode se traduzir em baixos custos de produção por dispositivo, bem como muitos outros benefícios. Conseqüentemente, é possível não só conseguir um desempenho excelente do dispositivo, mas fazê-lo a um nível de custo relativamente baixo.

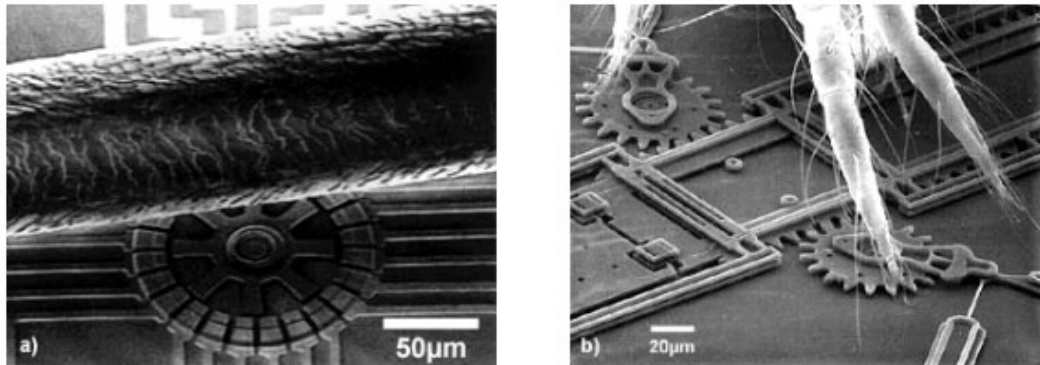


Figura 2 - a) Um motor de silício MEMS juntamente com um fio de cabelo humano [4] e b) as pernas de um ácaro de pé sobre as engrenagens de um micromotor [5]

### 3 Ressonadores SAW

*Surface Acoustic Wave* (SAW) ou Onda Acústica de Superfície é uma onda acústica que se desloca ao longo da superfície de um material que possui elasticidade (substrato), com amplitude que tipicamente decai exponencialmente com a profundidade no substrato.

Sensores de ondas acústicas de superfície são uma classe de sistemas microeletromecânicos (MEMS) que dependem da modulação de ondas acústicas de superfície para detectar um fenômeno físico [6]. O sensor transduz um sinal elétrico de entrada para uma onda mecânica que, ao contrário de um sinal elétrico, pode ser facilmente influenciada por fenômenos físicos. O dispositivo então transduz esta onda de volta para um sinal elétrico. Podem ser utilizadas alterações na amplitude, fase, frequência ou intervalo de tempo entre os sinais elétricos de entrada e de saída para medir a presença do fenômeno desejado.

Na Figura 3 observam-se alguns exemplos de ressonadores SAW comumente utilizados na indústria.



Figura 3 - Exemplos de ressonadores baseados em ondas acústicas de superfície - SAW

Os dispositivos de ondas acústicas encontram-se disponíveis comercialmente há mais de 60 anos. Na década de 70, foram desenvolvidos para uso em radar de compressão de impulsos, osciladores e filtros passa-banda para televisão doméstica e rádio profissional. Na década de 80, o crescimento do uso de telefones celulares provocou um aumento significativo na procura desses dispositivos. A indústria de telecomunicações é o maior consumidor, com mais de 3 bilhões de filtros SAW consumidos anualmente para agir como filtros passa-banda [6].

Em 1885, o cientista Inglês, Lord Rayleigh previu que tais ondas seriam um componente importante no monitoramento de terremotos, fato mais tarde comprovado, em 1920, devido ao advento de registros sismográficos.

Cerca de quarenta e cinco anos após, Voltmer e White, da Universidade da Califórnia, geraram tais ondas, usualmente designadas por Ondas Acústicas de Superfície (SAW) ou Ondas de Rayleigh, na superfície livre de um substrato elástico, isotrópico, denominado quartzo.

Um dispositivo SAW básico consiste em duas matrizes de transdutor interdigital (IDTs) em um substrato piezoelétrico, como o quartzo. Os IDTs consistem em eletrodos metálicos intercalados, fabricados com a tecnologia de circuitos integrados, utilizados para lançar e receber as ondas para que um sinal elétrico seja convertido numa onda acústica e novamente em sinal elétrico [6]. A Figura 4 exibe imagens reais e detalhadas, feitas no Laboratório de Sensores a Fibra Óptica da PUC-Rio, do dispositivo SAW utilizado neste projeto.

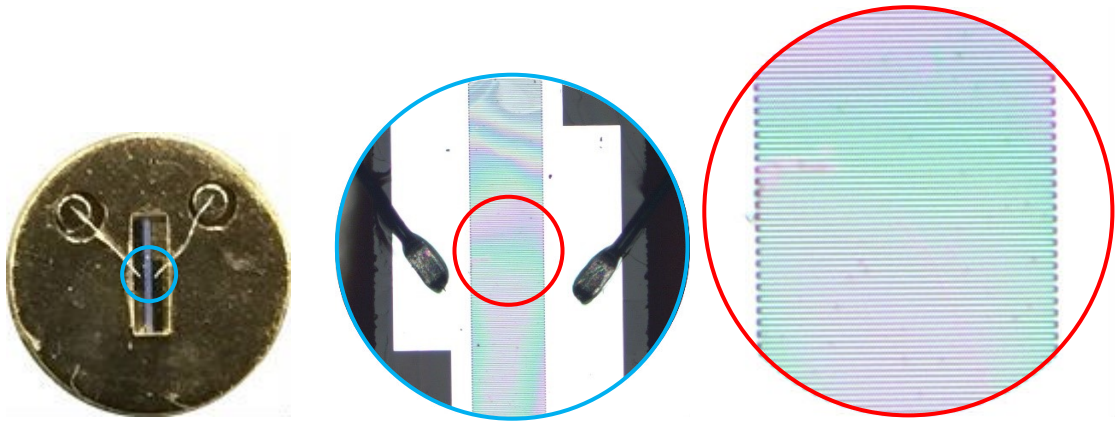


Figura 4 - SAW aberto, com imagem aproximada do cristal (quartzo) e da matriz de transdutores interdigitais

O espaçamento dos eletrodos metálicos intercalados determina o período da onda gerada. Já a frequência de ressonância, é função tanto desse espaçamento quanto da velocidade da onda acústica de superfície. No presente estudo, foi realizada a deposição do polímero PVA na superfície de ressonadores SAW que foram expostos a diferentes condições de umidade relativa. O aumento da massa do PVA devido à absorção de água foi o mecanismo de perturbação responsável por alterar a frequência de ressonância dos dispositivos SAW, uma vez que o incremento de massa reduz a velocidade da onda acústica.

#### 4 O Polímero PVA

O Álcool Polivinílico ou Poli (Álcool Vinílico), comumente conhecido por PVA, é a resina sintética, solúvel em água, produzida e comercializada em maior volume no mundo [7]. Foi obtido pela primeira vez em 1924, por Herrman e Haehnel, pela hidrólise do Acetato de Polivinila, que é a forma de obtenção comercial utilizada até hoje [8].

O PVA é um polímero sintético hidrossolúvel, insípido, inodoro, biodegradável e biocompatível. Assim como é solúvel em água, é ligeiramente solúvel em etanol, porém insolúvel em outros solventes orgânicos. Como as preocupações ambientais com a eliminação de resíduos plásticos têm aumentado e o foco mudou para o ciclo de vida dos produtos e descarte dos mesmos, o PVA apresenta grande vantagem, pois possui um caminho de descarte simples e viável. [9]

As propriedades básicas do Poli (Álcool Vinílico) dependem do grau de polimerização e do grau de hidrólise. Por suas excelentes propriedades, o PVA tem sido utilizado em um grande número de aplicações industriais. Este polímero é um excelente adesivo, possui boa resistência a solventes, óleos e graxas e sua resistência à passagem de oxigênio é superior a de qualquer polímero conhecido [8]. É um dos poucos polímeros semicristalinos solúveis em água com boas características interfaciais e mecânicas. O PVA tem sido usado em processamento de papel e fibras e como estabilizante de emulsão, além de ser importante como matéria-prima para filmes.

O Álcool Polivinílico é usado principalmente em solução. É solúvel em solventes altamente polares e hidrófilos, tais como dimetilsulfóxido (DMSO), acetamida, glicóis, dimetilformamida (DMF), sendo a água o melhor solvente. A solubilidade em água depende do grau hidrólise, do grau de polimerização e da temperatura da solução. A solubilização do PVA (100% hidrolisado) em água requer temperaturas elevadas devido à alta energia associada à dissolução da fase cristalina. Após a dissolução, o PVA mantém-se em solução aquosa mesmo em temperatura ambiente [8].

No presente trabalho, o polímero PVA e ressonadores SAW são os grandes protagonistas. Após ser solubilizado em água e depositado sobre a superfície de um ressonador, o PVA atuou como elemento sensor de umidade viabilizando o estudo proposto nos objetivos do projeto.



## SEÇÃO B – Análise Experimental

### 5 Metodologia Experimental

No presente capítulo são apresentados todos os procedimentos experimentais envolvidos no desenvolvimento desse projeto.

Primeiramente, foi proposta a preparação de três soluções poliméricas com concentrações de PVA, em massa por volume, de 2%, 4% e 6%. A partir dessas soluções, foram preparados filmes finos (películas) de PVA. Estes filmes são utilizados para determinar o Módulo de Elasticidade do PVA em ensaios de tração e também servirão para determinar a variação de massa dos mesmos devido à mudança das condições ambientais de umidade relativa. Essa variação de massa determina o Coeficiente de Absorção do PVA que, como o Módulo de Elasticidade, é um parâmetro utilizado como entrada para a simulação numérica no software *Comsol Multiphysics Modeling Software*.

Posteriormente, cada solução foi utilizada para revestir ressonadores SAW com uma camada polimérica fina. Tais ressonadores foram testados nas mesmas condições de umidade relativa às quais os filmes finos de PVA foram expostos, para buscar-se uma correlação entre a variação de massa da camada polimérica e a variação da frequência de ressonância do SAW.

Os valores de umidade relativa adotados para os experimentos foram: 40%, 50%, 60%, 70% e 80%.

#### 5.1 Preparação e Caracterização do Polímero PVA

Para a determinação das características mecânicas do PVA foi necessária a fabricação de corpos de prova, em forma de filmes finos, que foram sujeitos, posteriormente, a ensaios de tração capazes de fornecer o Módulo de Elasticidade do material. Os filmes de PVA foram produzidos segundo as regras estabelecidas pela norma D882-12 (*Standard Test Method for Tensile Properties of Thin Plastic Sheeting*) [10], que determina os padrões internacionais para a fabricação de filmes poliméricos finos para ensaios de tração.

A fim de produzir os filmes, deve-se, primeiramente, preparar as soluções de PVA solubilizado em água deionizada com as concentrações de PVA desejadas

para, então, colocar cada solução em um molde que é levado a uma estufa onde o polímero passa pelo processo de cura até a obtenção dos filmes finos de PVA.

Os subtópicos a seguir destinam-se a descrever detalhadamente cada uma das etapas do processo de caracterização do PVA.

### 5.1.1 Preparo das Soluções

Como mencionado anteriormente, deseja-se preparar três soluções de PVA, solubilizado em água deionizada, com concentrações de 2%, 4% e 6% em massa do polímero por volume de solução. Para tal, realizaram-se, previamente, os cálculos para a obtenção das massas exatas, em gramas, necessárias para o preparo das soluções com tais concentrações, a partir da Equação 1:

$$\frac{M_s}{M_s + M_a} = C$$

onde:

$M_s$  = massa do soluto, em gramas [g]

$M_a$  = massa de água, em gramas [g]

$C$  = concentração (massa por volume), em porcentagem [%]

Tomando como exemplo o cálculo para a determinação da massa de PVA requerida para solubilização em 300 ml de água deionizada (densidade = 1000 kg/m<sup>3</sup>) com o objetivo de alcançar a concentração de 2% de PVA, temos:

$$\frac{M_s}{M_s + M_a} = C \quad \rightarrow \quad \frac{M_s}{M_s + 300} = 2\% \quad \rightarrow \quad M_s = 0,02 (M_s + 300)$$

$$M_s = 0,02 M_s + 6 \quad \rightarrow \quad 0,98 M_s = 6 \quad \rightarrow \quad \mathbf{M_s = 6,1224 g}$$

Como observado acima, requer-se a massa de 6,1224 g do polímero PVA solubilizado em 300 ml de água deionizada para chegar à concentração de 2%. Seguindo-se o mesmo procedimento para as concentrações de 4% e 6%, as massas necessárias são, respectivamente,  $M_s = 12,5000 g$  e  $M_s = 19,1489 g$ .

Após os cálculos, três pequenos recipientes foram preenchidos com as porções necessárias (massas exatas encontradas nos cálculos) à produção das soluções, visando a produção simultânea das três soluções. As porções de PVA foram cuidadosamente separadas em pequenos recipientes e pesadas em uma balança digital, com precisão de 0,0001 g, para que o processo de produção seja o mais preciso possível. A Figura 5 ilustra o processo de pesagem das porções de PVA.



Figura 5 - Pesagem das porções de PVA para preparo das soluções (2%, 4% e 6%)

Após a separação das porções individuais de PVA, três béqueres com 500 ml de volume máximo foram preenchidos com 300 ml de água deionizada. Cada béquer foi posicionado em um agitador magnético que é um equipamento capaz de solubilizar o polímero em água através do fornecimento de agitação e temperatura. A agitação é fornecida por magnetismo entre a base do agitador e uma barra magnética que foi inserida em cada béquer. Esta barra funciona como se fosse uma colher agitando a solução em velocidade constante e regulável. O fornecimento de calor também é regulável através de um botão, como a agitação magnética.

Apesar de o agitador magnético possuir regulagem de temperatura, essa grandeza física foi cuidadosamente monitorada através de um termômetro colocado dentro de cada béquer. O monitoramento da temperatura é extremamente importante para garantir que as três soluções sejam sujeitas às mesmas condições e também evitar que a temperatura chegue ao ponto de ebulição. Outro fator muito importante foi o uso de um “vidro de relógio”, acrescido de um filme de PVC em cada béquer, com o objetivo de confinar a solução e evitar perdas de volume. Na Figura 6 podemos observar o agitador magnético em operação, assim como o polímero em

movimento de rotação com a solução, o termômetro devidamente posicionado e o “vidro de relógio” com filme de PVC isolando a solução do contato com a atmosfera.

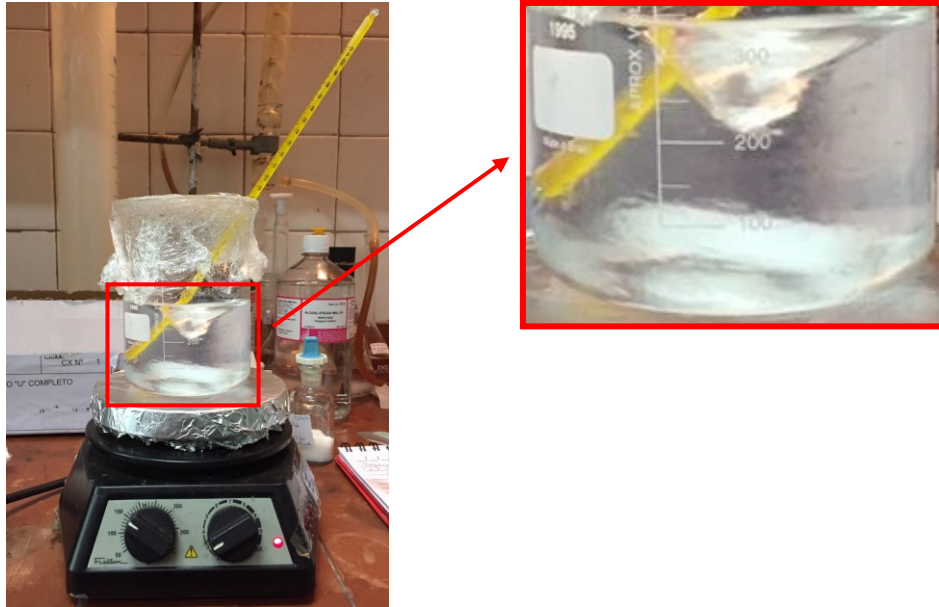


Figura 6 - Processo de solubilização do PVA

Verificou-se que a temperatura adequada para solubilizar o polímero está na faixa de 85 °C a 95 °C, pois sob temperatura inferior, o polímero apresentou muita dificuldade de se solubilizar. Também é válido ressaltar que o PVA foi adicionado a cada solução em pequenas quantidades para evitar a criação de aglomerados do polímero. A agitação também teve um papel fundamental para evitar que pequenas partículas do polímero aderissem à superfície interna do béquer.

No entanto, o processo de agitação da solução insere ar na mesma, o que não é desejável para o processo de fabricação dos filmes, uma vez que, quando submetidos à fase de cura, o polímero seguramente liberaria pequenas bolhas de ar prejudicando a produção dos filmes. Sendo assim, é necessário remover o ar contido nas soluções já preparadas através do auxílio de uma estufa e uma bomba de vácuo. Cada solução foi posicionada dentro da estufa enquanto a bomba de vácuo, conectada à mesma, baixava continuamente a pressão interna da estufa até que pequenas bolhas de ar fossem saindo lentamente da solução. A pressão interna da estufa foi cuidadosamente monitorada de modo que se observou as bolhas de ar saírem vagarosamente das soluções até o término do processo. A Figura 7

apresenta uma imagem aproximada da superfície da solução para que seja possível observar as bolhas de ar sendo liberadas.

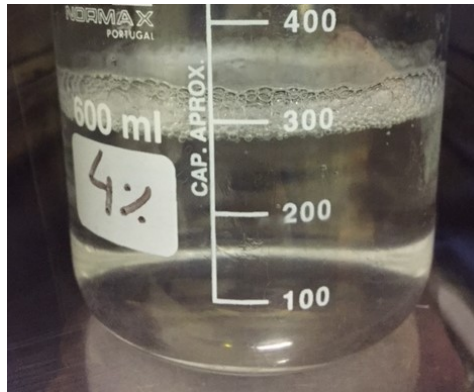


Figura 7 - Processo de retirada de ar da solução polimérica

Após a retirada do ar, as soluções estavam prontas para o início da etapa de fabricação dos filmes finos de PVA.

### 5.1.2 Produção dos Filmes

Primeiramente, preparou-se um molde para receber as soluções de PVA. O molde desenvolvido é composto por uma placa de vidro com 180 mm x 180 mm que possui uma área útil para receber a solução polimérica de 150 mm x 150 mm delimitada por pequenos tarugos de teflon com seção transversal quadrada de 10 mm x 10 mm. Também se utilizou um pedaço de fita kapton posicionada na parte superior da área útil, no encontro do vidro com o tarugo de teflon, com o objetivo de facilitar a retirada do filme após a cura. A Figura 8 apresenta uma imagem do molde utilizado para produzir os filmes.

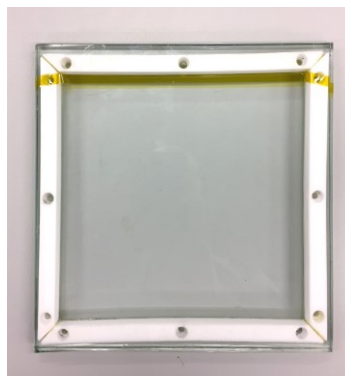


Figura 8 - Molde utilizado para a fabricação dos filmes finos de PVA

O volume de solução adotado para a produção de cada filme foi de 100 ml. Esse volume foi lentamente derramado e posicionado homogeneamente sobre a superfície do molde, de modo que a solução passou a assumir o formato de uma lâmina de líquido fina. Este molde foi então posicionado dentro da estufa *Vötsch VCL 4010*. Na estufa, o molde foi posicionado em cima de uma espuma macia, previamente nivelada, para evitar que a vibração da estufa causasse imperfeições na superfície do polímero. Outro aparato utilizado foi um recipiente de plástico perfurado posicionado sobre o molde a fim de evitar que a massa de ar deslocada no interior da estufa, devido ao funcionamento da mesma, também pudesse causar danos à qualidade final do filme. Nas Figuras 9 e 10 podemos observar a estufa utilizada no processo e a montagem realizada para a produção dos filmes.



Figura 9 - Estufa *Vötsch VCL 4010*



Figura 10 - Interior da estufa com o molde e o recipiente perfurado

A temperatura utilizada no processo de cura do polímero, 50 °C, foi a mesma para as três soluções com concentrações diferentes (2%, 4% e 6%). O tempo de cura para todos os processos foi muito semelhante e esteve em torno de 50 horas. Na Figura 11, pode-se observar o resultado final, ou seja, os filmes finos de PVA obtidos após a etapa de cura do polímero.



Figura 11 - Filmes finos de PVA

### 5.1.3 Ensaio de Tração

Posteriormente à produção dos filmes, deu-se a etapa de preparação dos corpos de prova para a realização dos ensaios de tração. Para tal, cada filme de PVA foi cortado em 7 tiras de 150 mm x 15 mm, de acordo com a norma D882-12, que estabelece os normas para a realização de testes de tração em filmes finos. Essas tiras (corpos de prova) foram então submetidas a ensaios de tração no Laboratório de Sensores a Fibra Óptica (LSFO PUC-Rio) com o objetivo de se obter o Módulo de Elasticidade do material, como mencionado anteriormente. Na Figura 12, é possível observar os corpos de prova que foram produzidos para os testes de tração.

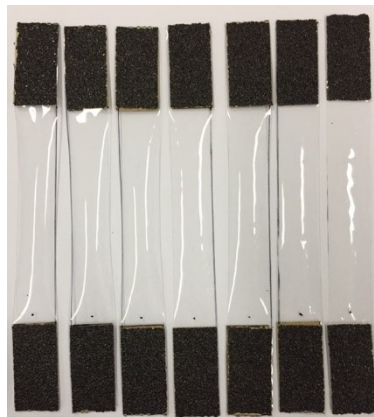


Figura 12 - Corpos de prova preparados para ensaio de tração

### 5.1.4 Determinação do Módulo de Elasticidade

Após a preparação dos corpos de prova, deu-se início a etapa dos ensaios de tração. Os testes foram realizados na máquina de tração universal Instron Electroplus E10000, ilustrada na Figura 13 (a e b).

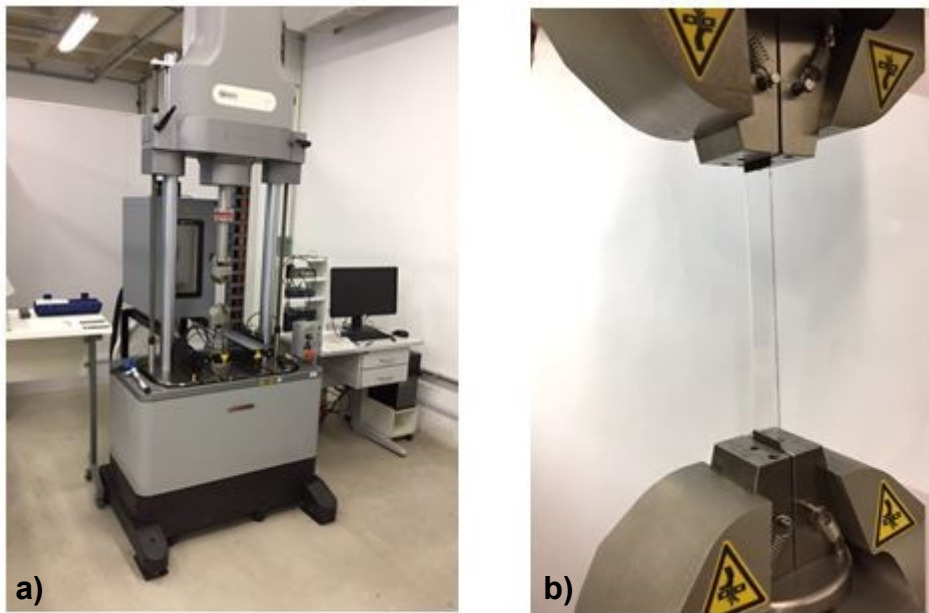


Figura 13 - a) Máquina de Tração Instron Electroplus E10000; b) Corpo de prova posicionado para ensaio de tração

O Módulo de Elasticidade ou Módulo de Young é um parâmetro mecânico que proporciona uma medida da rigidez de um material sólido. É uma propriedade intrínseca dos materiais, dependente da composição química, microestrutura e defeitos (poros e trincas), que pode ser obtida pela razão entre a tensão exercida e a deformação sofrida pelo material. Tensão corresponde à força ou carga, por unidade de área, aplicada sobre o corpo de prova, e deformação é a mudança nas dimensões, por unidade da dimensão original. Assim, o Módulo de Elasticidade é dado por:

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon}$$

onde:

$E$  = Módulo de Elasticidade [MPa]

$\sigma$  = Tensão aplicada [MPa]

$\varepsilon$  = Deformação elástica longitudinal [adimensional]

Através da aplicação de uma tensão gradativamente crescente, foi possível verificar a deformação correspondente a cada valor de tensão aplicado e então gerar uma curva de tensão x deformação do material. A inclinação desta curva, em sua



fase elástica (antes da deformação permanente), determina o Módulo de Elasticidade do material.

Verificou-se que os corpos de prova fabricados com 2% de PVA atingiram o valor de resistência à tração de  $387,99 \pm 27,33$  MPa, enquanto os de 4% e 6% apresentaram Módulo de Elasticidade de  $423,63 \pm 19,66$  MPa e  $433,79 \pm 40,98$  MPa respectivamente. Os Gráficos 1, 2 e 3 apresentam as curvas de tensão x deformação obtidas nos ensaios e seus respectivos Módulos de Elasticidade.

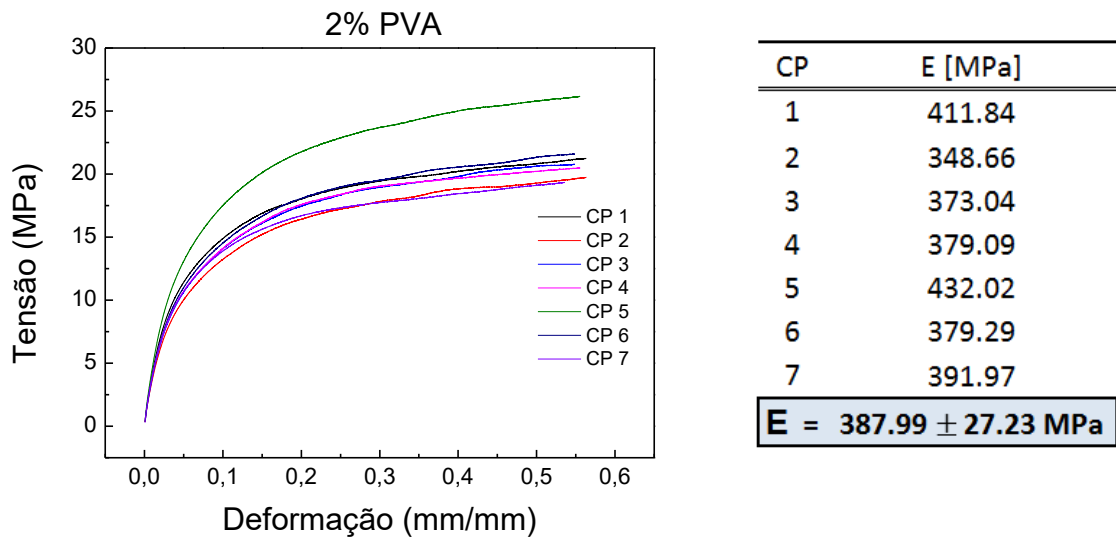


Gráfico 1 - Curva de Tensão x Deformação com Módulo de Elasticidade (2% PVA)

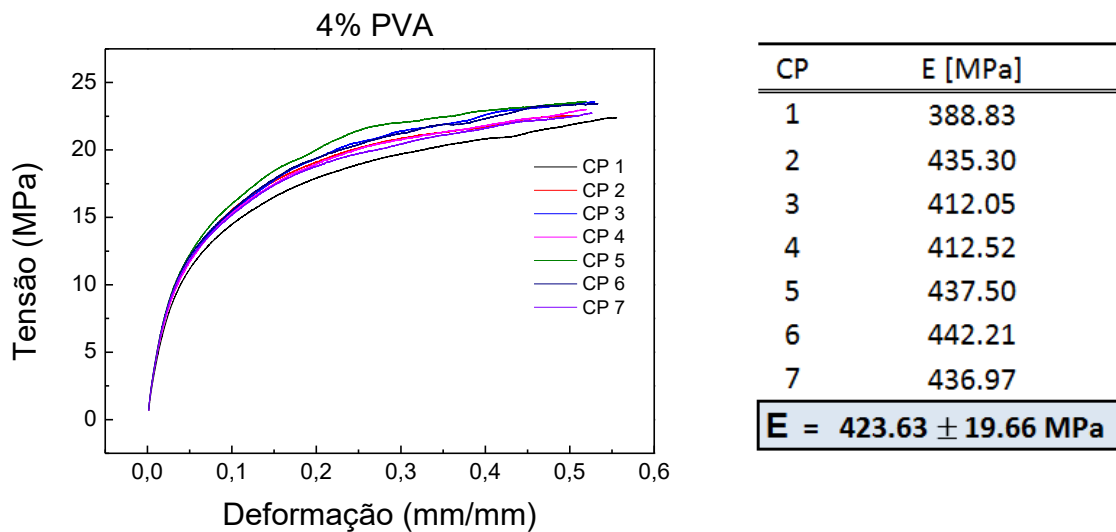


Gráfico 2 - Curva de Tensão x Deformação com Módulo de Elasticidade (4% PVA)

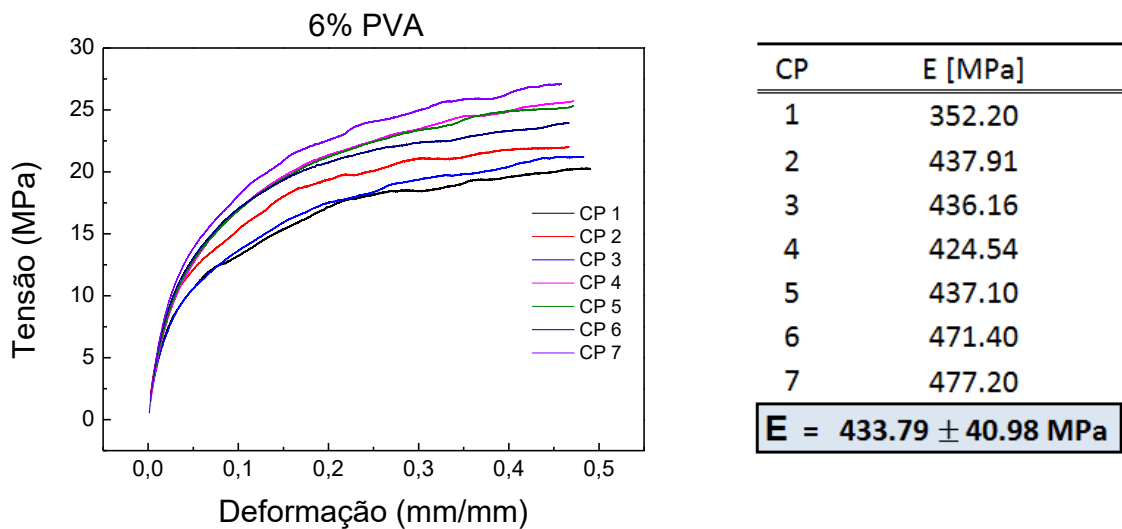


Gráfico 3 - Curva de Tensão x Deformação com Módulo de Elasticidade (6% PVA)

Pesquisas na literatura apontam que a adição de PVA ajuda a aumentar a tensão de tração suportada e o Módulo de Elasticidade dos filmes [11]. Os valores obtidos nos ensaios de tração seguem uma leve tendência crescente. No entanto, devemos observar que os Módulos de Elasticidade têm valores muito próximos com desvio padrão alto, o que impossibilita confirmar tal afirmação, apesar da tendência observada.

O fato de tais valores serem similares é um dado positivo que indica a consistência na preparação dos filmes, dos corpos de prova e nos ensaios de tração.

## 5.2 Estudo da Variação de Massa

O presente capítulo contempla o estudo da variação de massa do PVA devido à exposição do mesmo a diferentes condições de umidade relativa, visto que a absorção de água aumenta a massa do polímero.

Para tal, três amostras retangulares com 40 mm x 15 mm foram recortadas a partir de cada filme (2%, 4% e 6% de PVA), totalizando 9 amostras. Essas amostras foram levadas à estufa *Votsch VCL 4010* e submetidas às condições de umidade relativa pré-estabelecidas na metodologia do projeto (40%, 50%, 60%, 70% e 80%).

Após a estabilização da umidade no interior da estufa, três amostras de cada concentração foram sujeitas a 24 horas no interior da estufa em cada condição de umidade relativa descrita acima, ou seja, três amostras com 2% de PVA ficaram por 24 horas sob 40% de umidade relativa e após, sob 50% por mais 24 horas e assim sucessivamente para todas as amostras. Os resultados obtidos estão listados na Tabela 1.

Tabela 1 - Resultados obtidos nos ensaios de Variação de Massa

		Umidade Relativa (UR)				
		40%	50%	60%	70%	80%
Amostra		Variação de Massa [%]				
2% PVA	1	0.00	1.08	2.83	5.33	7.89
	2	0.00	1.07	2.52	4.66	7.56
	3	0.00	0.92	2.27	4.70	7.77
4% PVA	4	0.00	1.29	2.70	5.68	9.75
	5	0.00	1.23	2.56	5.62	9.35
	6	0.00	1.32	2.76	5.42	9.12
6% PVA	7	0.00	0.83	2.44	5.09	9.20
	8	0.00	0.86	2.12	4.68	8.84
	9	0.00	0.94	2.23	4.51	8.51

A partir dos resultados individuais de cada amostra, gerou-se uma tabela com os valores médios de variação de massa para cada concentração de PVA e os desvios padrões associados. (Tabela 2)

Tabela 2 - Resultado consolidado do ensaio de Variação de Massa

		Umidade Relativa (UR)				
		40%	50%	60%	70%	80%
Amostra		Variação de Massa [%]				
2% PVA	0	1,02 ± 0,09	2,54 ± 0,28	4,90 ± 0,38	7,74 ± 0,17	
4% PVA	0	1,28 ± 0,05	2,68 ± 0,11	5,57 ± 0,14	9,41 ± 0,32	
6% PVA	0	0,88 ± 0,06	2,26 ± 0,17	4,76 ± 0,30	8,85 ± 0,34	

Para melhor visualização e compreensão do comportamento das amostras com diferentes concentrações de PVA, elaborou-se o Gráfico 4, que ilustra a variação percentual de massa das amostras em função da umidade relativa.

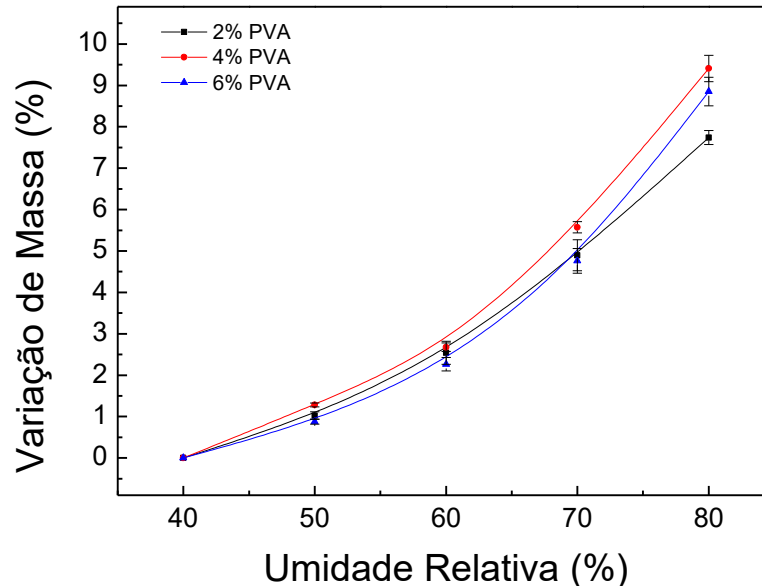


Gráfico 4 - Variação de Massa x Umidade Relativa das amostras de PVA

Como esperado, observa-se que todas as curvas de variação de massa apresentam um comportamento crescente, de forma não linear, devido ao aumento da umidade. Nota-se também que, tal comportamento crescente se intensifica de maneira exponencial, de modo que a taxa de incremento de massa aumenta a cada patamar de umidade.

Também é possível constatar que o comportamento das curvas é muito semelhante e apresenta desvios associados que não permitem uma definição concreta do comportamento em função da concentração de PVA, apesar de observar-se uma leve tendência das amostras com maior teor de PVA aumentarem a massa com maior intensidade.

### 5.2.1 Cálculo do Coeficiente de Absorção

Os resultados obtidos na etapa anterior caracterizam o Coeficiente de Absorção de água ( $k$ ) do polímero PVA, dado que a diferença na massa medida entre os níveis de umidade representa a alteração no teor de água dentro do PVA. Este coeficiente pode ser quantificado através da Equação 2 [12]:

$$k = \frac{\Delta m * 100 * R * T * \rho_{PVA}}{(\% \Delta UR) * P_{sat} * \mu_{\text{água}} * m_i}$$

onde:

$k$  = Coeficiente de absorção [adimensional]

$\Delta m$  = Variação de massa da amostra de PVA [g]

$R$  = Constante universal dos gases perfeitos [J/mol.K]

$T$  = Temperatura [K]

$\rho_{PVA}$  = Densidade do PVA [kg/m<sup>3</sup>]

(% $\Delta UR$ ) = Variação de umidade relativa [%]

$P_{sat}$  = Pressão de saturação da água [Pa]

$\mu_{\text{água}}$  = Viscosidade da água [kg/mol]

$m_i$  = Massa inicial da amostra de PVA [g]

Após os cálculos do Coeficiente de Absorção para todas as condições de umidade estudadas, os resultados foram listados na Tabela 3.

Tabela 3 - Valores individuais do Coeficiente de Absorção de água em função da umidade

Coeficiente de Absorção (k)									
Umidade Relativa [%]	2% PVA			4% PVA			6% PVA		
40	--	--	--	--	--	--	--	--	--
50	4367	4325	3732	5225	4991	5363	3370	3474	3829
60	5732	5111	4615	5482	5193	5608	4956	4291	4532
70	7214	6301	6350	7681	7594	7327	6878	6335	6093
80	8006	7667	7880	9893	9480	9253	9330	8971	8634

Com os resultados obtidos, elaborou-se a Tabela 4 com os valores médios do Coeficiente de Absorção encontrados para cada teor de PVA.

Tabela 4 - Valores médios do Coeficiente de Absorção de água em função da umidade

Coeficiente de Absorção Médio (k)			
Umidade Relativa [%]	2% PVA	4% PVA	6% PVA
40	--	--	--
50	4141	5193	3558
60	5153	5428	4593
70	6622	7534	6435
80	7851	9542	8978

E, finalmente, foi produzido o Gráfico 5, que expressa os valores médios do Coeficiente de Absorção de água do PVA em função da umidade relativa.

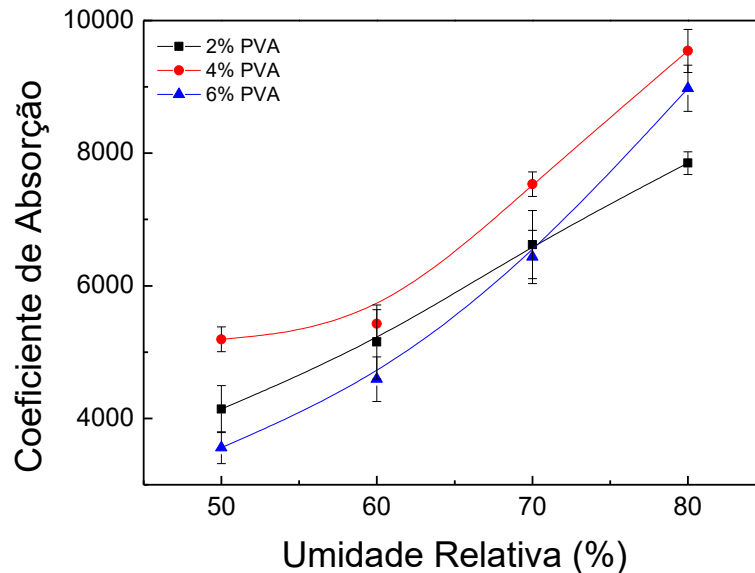


Gráfico 5 - Valores médios do Coeficiente de Absorção de água do PVA em função da umidade

Observa-se que o comportamento de todas as curvas é crescente e não linear, exceto a curva de 2% PVA, que apresentou um comportamento quase linear. O aumento da não linearidade pode estar relacionado com o aumento da concentração de PVA na solução.

### 5.3 Estudo da Variação de Frequência

No presente capítulo são apresentados, detalhadamente, os procedimentos experimentais realizados para viabilizar o estudo da variação de frequência dos dispositivos SAW, revestidos por camadas poliméricas de 2%, 4% e 6% de PVA, ocasionada pela variação de umidade. Também são apontadas breves análises gráficas dos resultados obtidos, já que uma interpretação mais profunda será apresentada na Seção C, destinada à Análise dos Resultados.

### 5.3.1 Preparação dos Ressonadores SAW

#### 5.3.1.1 Processo de Deposição do PVA

A deposição da camada polimérica sobre o ressonador SAW foi realizada através do procedimento denominado “*spin coating*”. Esta é uma das técnicas mais comuns para a aplicação de filmes finos para substratos e é usada em uma ampla variedade de indústrias e setores de tecnologia. A vantagem do revestimento por centrifugação é a sua capacidade para produzir rápida e facilmente películas muito uniformes de nanômetros a micrometros de espessura.

O uso do revestimento por “*spin*” em eletrônica orgânica e nanotecnologia é amplamente usado e baseou-se em muitas das técnicas utilizadas em outras indústrias de semicondutores, porém também possui algumas diferenças devido às películas relativamente finas e alta uniformidade que são necessários para a preparação do dispositivo eficaz, bem como a necessidade de auto-montagem e organização necessária ao processo de fundição.

Geralmente, uma pequena quantidade de material de revestimento é aplicada no centro da superfície, que é girada à alta velocidade de modo a espalhar o material de revestimento por força centrífuga. A rotação é contínua enquanto o fluido gira sobre a superfície, até que a espessura desejada da película seja alcançada. Esta espessura é determinada pelo número de rotações por minuto (rpm) pré-determinadas. Assim, quanto maior a velocidade angular de rotação, mais fina será a película. A espessura da película também depende da viscosidade da solução, do volume depositado e do tempo de rotação.

Sendo assim, realizou-se um estudo preliminar para determinar a velocidade de rotação necessária para que soluções com diferentes viscosidades possam gerar camadas poliméricas com espessura o mais similar possível após o processo de *spin coating*. Para tal, estipulou-se que o volume a ser depositado é de 20 microlitros e o tempo de rotação é 40 segundos para todas as soluções (2%, 4% e 6% de PVA). A espessura das camadas foi medida no perfilômetro do Laboratório de Espectroscopia Óptica e Optoeletrônica Molecular (LOEM) do Departamento de Física da PUC-Rio. Os resultados obtidos nos experimentos preliminares apontam que o número de rotações por minuto que proporciona valores mais próximos de

espessura das camadas poliméricas é 1500 rpm para a solução de 2% PVA, 2500 rpm para 4% PVA e 5500 rpm para 6% PVA.

No presente estudo, os ressonadores utilizados foram adquiridos na empresa HIB Semicondutores, com frequência de operação de 433,92 MHz, ilustrado na Figura 14.



Figura 14 - Ressonador SAW HIB 433,92 MHz

Antes de iniciar o processo de *spin coating* é necessário abrir os ressonadores, ou seja, remover a tampa metálica para possibilitar a deposição do PVA sobre o cristal de quartzo localizado no interior do ressonador. A abertura do SAW foi realizada com o auxílio de uma micro retífica Dremmel 3000, como ilustrado na Figura 15.



Figura 15 - Processo de abertura do ressonador SAW

Após a remoção da tampa metálica do SAW, foi feita a deposição do polímero sobre o cristal e então o ressonador foi posicionado no centro de um pequeno pedaço de vidro com o auxílio de massa de modelar a fim de fixar o mesmo para possibilitar o processo de *spin coating*. Na figura 16, é possível observar a pequena gota de solução (20 microlitros) sobre o ressonador, imediatamente antes do início do processo de *spin coating*.



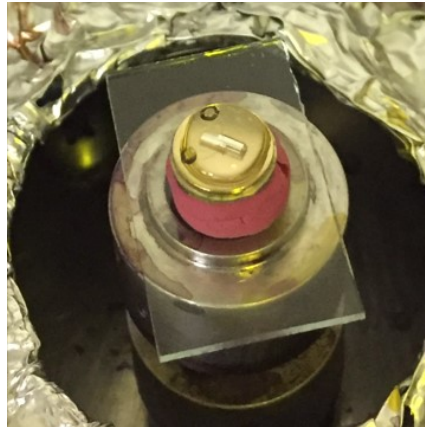


Figura 16 - SAW coberto por gota de PVA antes do processo de spin coating

Foram revestidos dois ressonadores com cada solução (2%, 4% e 6% de PVA), totalizando 6 dispositivos. Realizado o processo de revestimento dos ressonadores, os mesmos foram levados à estufa *Votsch VCL 4010*, onde ocorreu a cura sob 40 °C por 2 horas. Após a cura, deu-se início à fase de montagem do sistema para interrogação pelo Analisador de Rede (VNA).

Primeiramente, furou-se a tampa dos ressonadores com uma broca de 1 mm para permitir que o mesmo fique devidamente exposto à umidade, porém protegido de qualquer impacto acidental sobre o cristal, o que inutilizaria o mesmo imediatamente, visto que é um elemento bastante delicado. Após, a tampa perfurada foi recolocada sobre o ressonador e fixada com uma fita metálica. A estrutura desenvolvida para os experimentos consiste de uma pequena placa de circuito elétrico de 10 mm x 15 mm onde foram soldados o ressonador, na parte inferior, e um conector SMA, na parte superior, conforme ilustrado na Figura 17.



Figura 17 - Sistema composto por placa de circuito elétrico, ressonador e conector SMA

### 5.3.2 Montagem Experimental

Finalizada a etapa anterior, tornou-se possível fazer a conexão entre a estrutura montada e o Analisador de Rede (VNA - *Vector Network Analyzer*), que é um equipamento destinado a medir e registrar a frequência de operação dos ressonadores ao longo do tempo. A bancada experimental, constituída pela câmara climática (estufa *Votsch*), sensores, VNA e devidas conexões, encontra-se ilustrada na Figura 18.

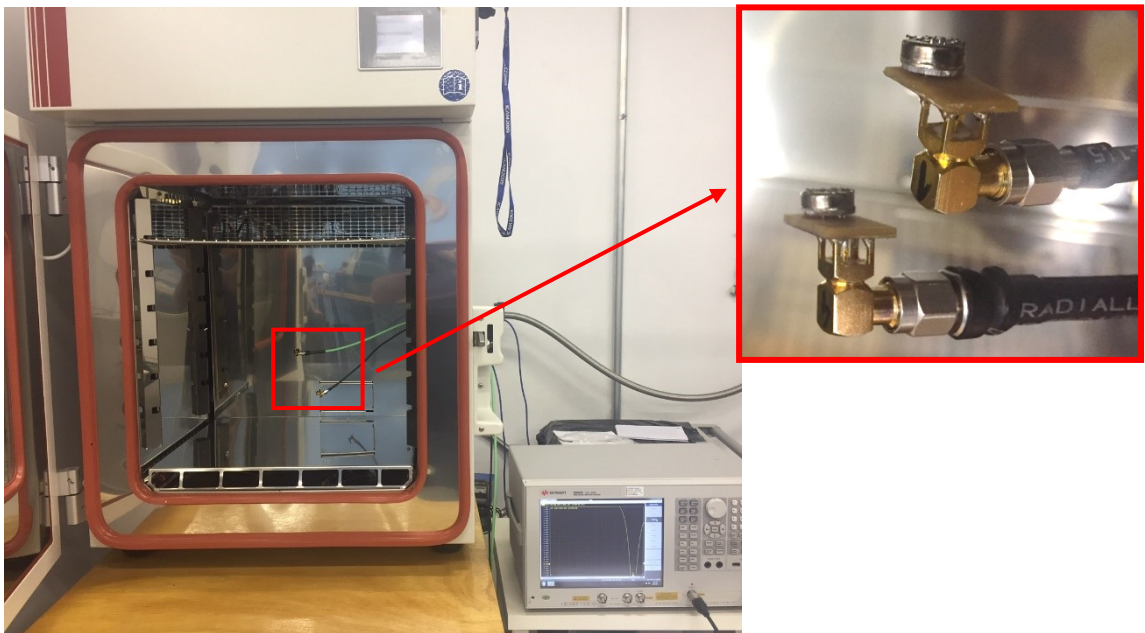


Figura 18 - Bancada experimental com imagem aproximada dos ressonadores

Com objetivo específico de verificar a variação de frequência dos ressonadores em função das condições de umidade relativa, decidiu-se utilizar cada solução polimérica para revestir dois ressonadores, isto é, foram preparados seis ressonadores, sendo dois revestidos pela solução com 2% de PVA, dois revestidos com 4% de PVA e mais dois cobertos pela solução de 6%.

Todos os sensores foram expostos por duas horas a cada valor de umidade relativa, de maneira decrescente (80%, 70%, 60%, 50% e 40%), continuamente, totalizando 10 horas de experimento para cada dupla de sensores. Todos os dados experimentais foram registrados pelo Analisador de Rede para futura análise.

### 5.3.3 Resultados da Variação de Frequência

O primeiro comportamento observado foi dos sensores revestidos pela solução com 2% de PVA. Verificou-se que, à medida que a umidade relativa foi diminuindo ao longo do experimento, a frequência de operação do ressonador foi aumentando.

Como mencionado anteriormente, o parâmetro que desejamos quantificar é o Delta de Frequência ou a variação de frequência, que é o valor de frequência do ressonador medido em um dado momento subtraído do valor medido na condição inicial do experimento. Portanto, observou-se que, conforme a umidade relativa foi reduzindo, o Delta de Frequência foi crescendo, conforme ilustrado no Gráfico 6, que apresenta a variação de frequência e de umidade relativa em função do tempo.

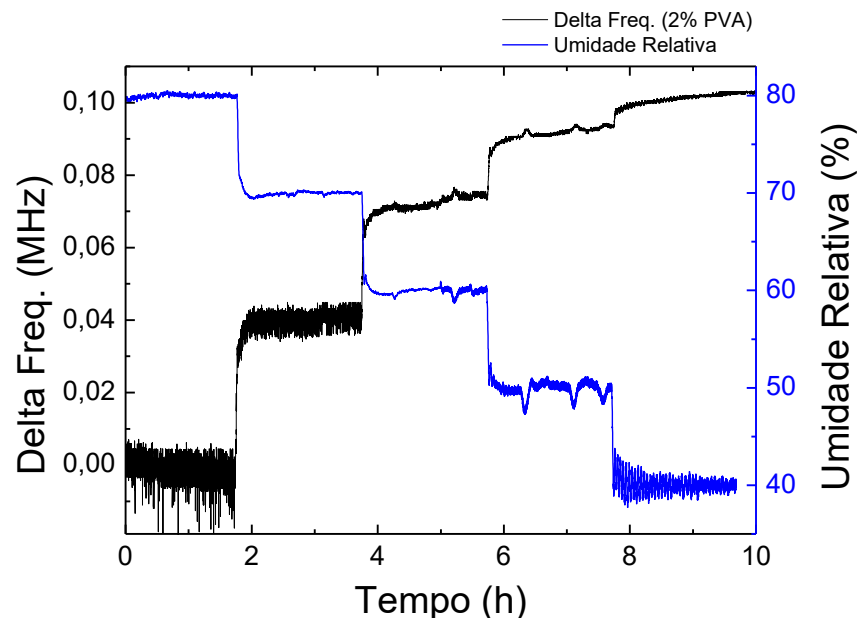


Gráfico 6 - Delta Frequência e Umidade Relativa em função do Tempo (2% PVA)

A partir dos dados de variação de frequência, realizou-se uma análise estatística do comportamento dos sensores em cada condição de umidade para a obtenção dos valores médios e desvios padrões associados aos mesmos. Com isso, foi possível gerar a Curva de Sensibilidade do sensor, que representa a variação de frequência em função da umidade relativa (Gráfico 7).

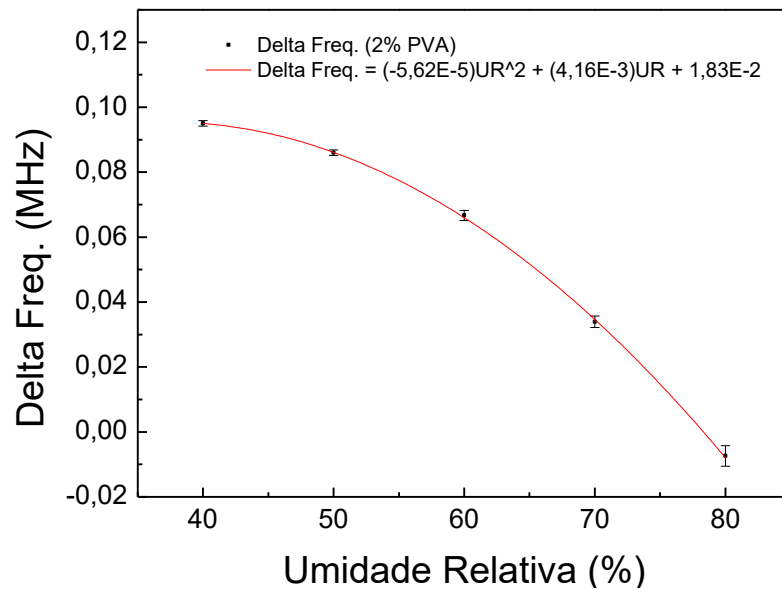


Gráfico 7 - Delta Frequência x Umidade Relativa (Curva de Sensibilidade - 2% PVA)

Primeiramente, podemos observar que a Curva de Sensibilidade apresenta um comportamento decrescente não linear, que foi caracterizado por *fitting* polinomial no software *OriginLab – Data Analysis and Graphing Software*.

Nota-se também que, quanto maior é o Delta de Frequência, menor é o desvio padrão associado ao mesmo. O casamento de impedância do ressonador tem grande influência nesse comportamento, porém outra possível justificativa para tal é o fato de que condições de umidade relativa mais extremas, como 80%, resultam em maiores incertezas no valor de frequência medido.

Outro dado analisado a partir do Gráfico 7 é o valor máximo de variação de frequência, situado em torno de 0,1 MHz.

O segundo resultado analisado foi dos sensores revestidos por camada polimérica com concentração de 4% de PVA. Observou-se que, na variação total de 80% para 40% de umidade relativa, o Delta de Frequência aumentou cerca de 50%, alcançando o valor de 0,15 MHz, conforme ilustrado no Gráfico 8.

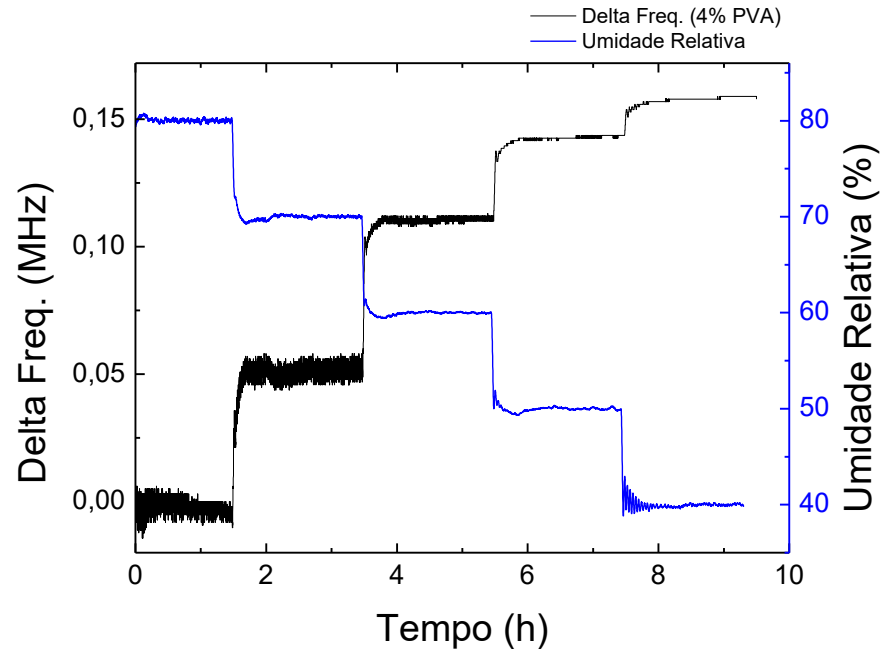


Gráfico 8 - Delta Frequência e Umidade Relativa em função do Tempo (4% PVA)

Após a análise estatística dos dados, também foi possível gerar a Curva de Sensibilidade dos sensores revestidos com 4% de PVA, apresentada no Gráfico 9.

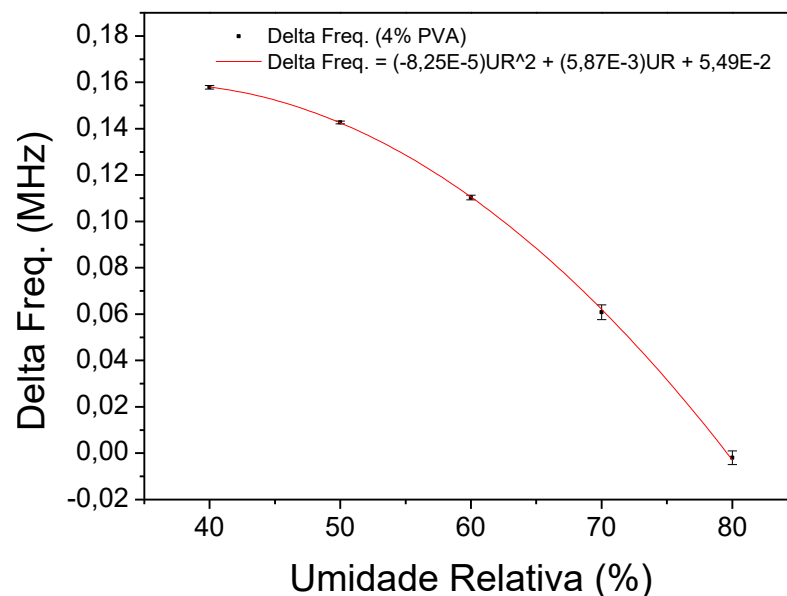


Gráfico 9 - Delta Frequência x Umidade Relativa (Curva de Sensibilidade - 4% PVA)

A Curva de Sensibilidade observada no Gráfico 9 (4% PVA) demonstra um comportamento muito similar à apresentada no Gráfico 7 (2% PVA). No entanto,

uma verificação mais aprofundada será exibida na Seção de Análise dos Resultados (Seção C).

Com relação ao sensor revestido com 6% de PVA, verificou-se que a camada polimérica constitui um “obstáculo” muito significativo que impediu o sensor de ressonar. Para confirmar o resultado, foram revestidos mais 3 sensores e nenhum deles apresentou resposta ao ser interrogado pelo Analisador Vetorial de Rede. Para melhor compreender os motivos, todos os sensores, incluindo os revestidos com 2% e 4% de PVA, foram levados ao microscópio para efeito de comparação. Verificou-se que, como a solução de 6% de PVA é muito viscosa, o polímero não se espalhou pela superfície do ressonador de maneira uniforme, o que possivelmente ocasionou o não funcionamento dos sensores. Da Figura 19 à Figura 21 é possível notar como as camadas de 2% e 4% de PVA são mais homogêneas quando comparadas com as camadas com 6% de PVA.

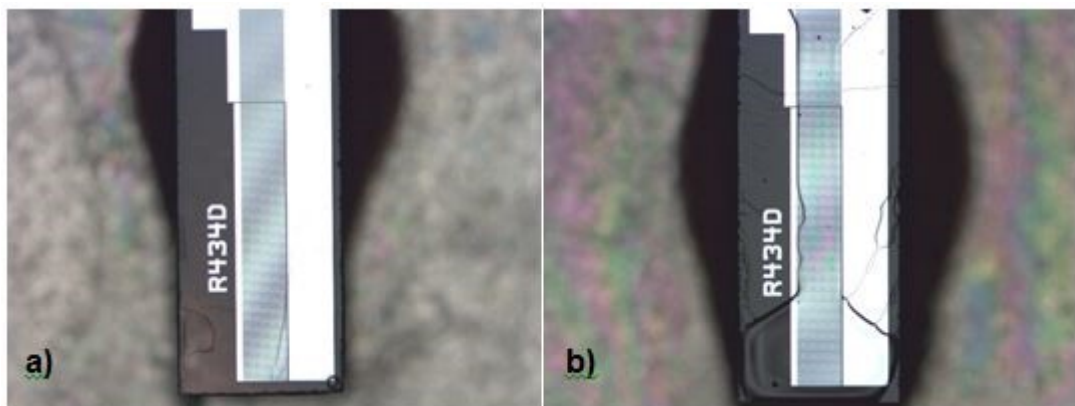


Figura 19 - Comparativo entre os revestimentos de 2% PVA (a) e 6% PVA (b)

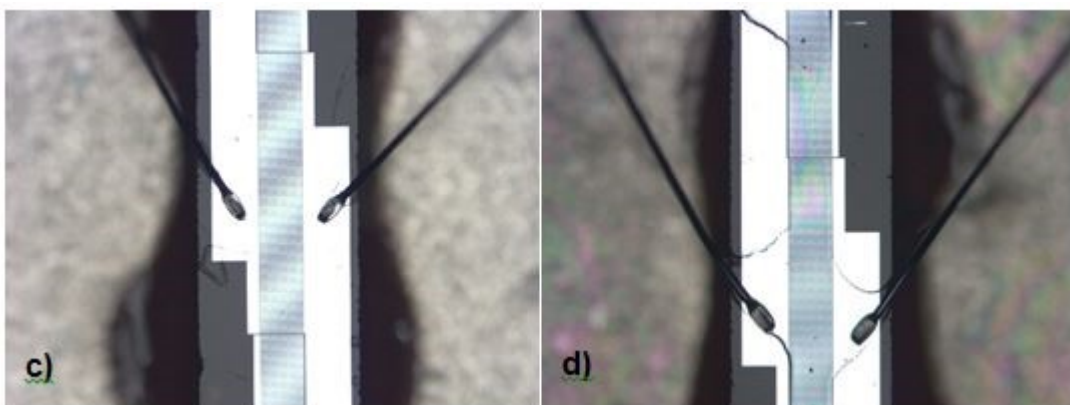


Figura 20 - Comparativo entre os revestimentos de 4% PVA (c) e 6% PVA (d)

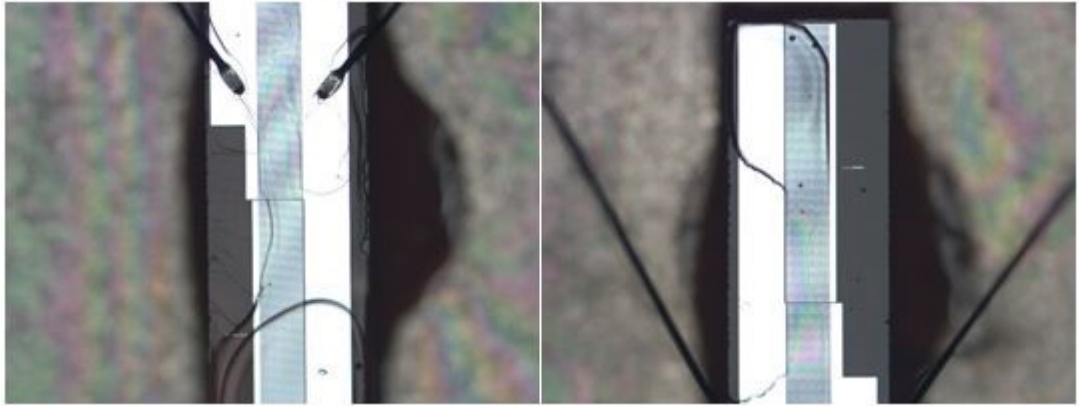


Figura 21 - Outros ressonadores revestidos com 6% PVA

Como se pode observar, a solução de 6% de PVA não se distribuiu homogeneamente sobre o cristal e, infelizmente, o Analisador de Rede não apresentou um espectro que pudesse ser comparado com demais, limitando a análise dos resultados somente à variação de massa com relação a essa concentração do polímero.

## SEÇÃO C – Análise dos Resultados

### 6 Resultados Experimentais

Esta seção destina-se a uma análise mais aprofundada de todos os resultados obtidos ao longo do desenvolvimento do projeto.

Primeiramente, podemos verificar os valores de Módulo de Elasticidade obtidos experimentalmente. Os valores médios foram de  $387,99 \pm 27,33$  MPa (2% PVA),  $423,63 \pm 19,66$  MPa (4% PVA) e  $433,79 \pm 40,98$  MPa (6% PVA). Pesquisas bibliográficas indicam que o Módulo de Elasticidade de filmes finos de PVA situam-se na faixa de 100 MPa a 500 MPa [11], o que está de acordo com os valores encontrados. Outra observação válida é o fato de que para cada teor de PVA, foram testados 7 corpos de provas e estes apresentaram valores próximos, sendo o desvio causado por poucos ou apenas um corpo de prova, como no caso dos corpos com 2% de PVA.

Com relação aos resultados de variação de massa, pode-se dizer que todas as amostras se comportaram como esperado, aumentando a massa em função do aumento do teor de água no ambiente.

No que concerne à variação de frequência, atestou-se que o aumento do teor de PVA aumenta a variação de frequência de ressonância dos dispositivos SAW. Tendo em foco o objetivo geral do presente estudo, deu-se prosseguimento à análise dos resultados, buscando estabelecer uma ligação entre a variação de massa da camada polimérica que reveste o ressonador SAW e a variação da frequência de ressonância do SAW, motivados pela alteração da umidade relativa no ambiente.

Como os sensores revestidos com 6% PVA não ressonaram, decidiu-se elaborar os Gráficos 10 e 11 referentes ao comportamento dos sensores revestidos com 2% PVA e 4% PVA, respectivamente, contemplando o Delta de Frequência e o Delta de Massa em função da umidade relativa.



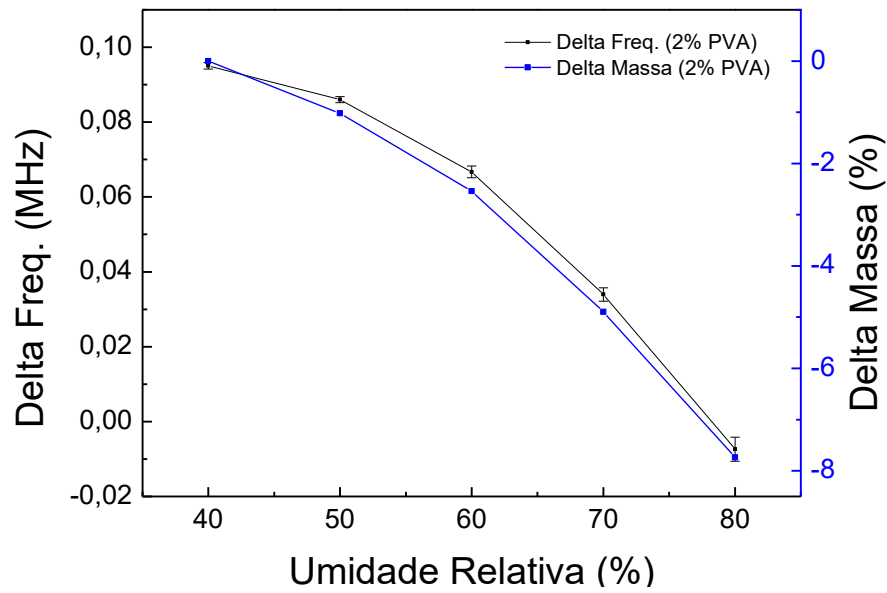


Gráfico 10 - Delta Frequência e Delta Massa em função da Umidade Relativa (2% PVA)

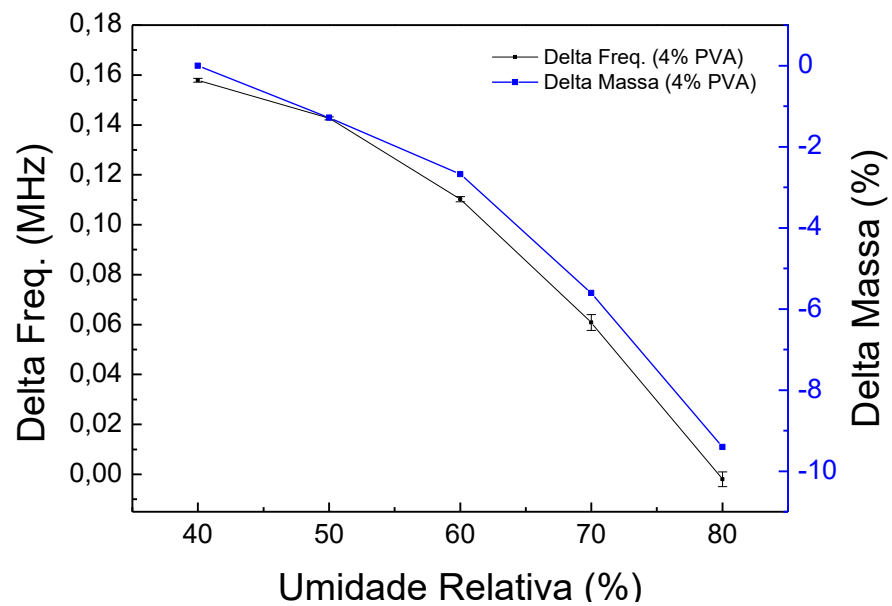


Gráfico 11 - Delta Frequência e Delta Massa em função da Umidade Relativa (4% PVA)

Nos Gráficos 10 e 11, o eixo de Delta Massa foi multiplicado por -1 com o objetivo de “espelhar” a curva de Delta Massa x Umidade Relativa a fim de melhorar a visualização da similaridade entre as curvas apresentadas.

Com as curvas sobrepostas, observa-se que as mesmas apresentam comportamentos muito semelhantes, o que demonstra uma clara relação entre

variação de massa e variação de frequência. Inclusive, pode-se dizer que o Delta de Frequência é claramente proporcional ao Delta de Massa.

Outro dado observado foi a dificuldade de estabilização da câmara climática nos patamares extremos de 40% e 80%. Sob a temperatura de 25 °C, a faixa de operação da câmara utilizada no projeto é de 30% a 90% de umidade, portanto, tais erros associados à medição da umidade podem ter sido causados pela limitação na capacidade da câmara climática.

Um fato interessante também notado foi a alta sensibilidade dos sensores, que pode ser verificada no comportamento dos sensores com 2% PVA, nos patamares de 50% e 60% de umidade. As pequenas oscilações na umidade ocasionadas pela breve abertura da porta da estufa para ajuste no posicionamento dos sensores foi “sentida” imediatamente pelos sensores que corresponderam variando a frequência.

## **7 Conclusões e Projetos futuros**

Tendo em vista os objetivos pré-definidos no início do projeto, podemos dizer que resultados bastante satisfatórios foram alcançados.

No tocante ao objetivo geral, foi possível analisar a variação de massa das amostras, com diferentes concentrações de PVA, e verificar a clara correlação e proporcionalidade desta variação com a alteração da frequência de ressonância dos dispositivos SAW correspondentes.

Os objetivos específicos também foram atendidos, demonstrando a importância das práticas experimentais para obter dados necessários à simulação numérica dos sensores acústicos revestidos por filmes de PVA.

Os métodos experimentais adotados no projeto também demonstraram ser confiáveis, visto que os resultados alcançados situaram-se dentro do esperado e relatado na literatura.

Com relação a projetos para o futuro, fica o desafio de buscar melhores esclarecimentos a respeito de soluções com maiores teores de PVA e suas implicações no revestimento de ressonadores SAW.

## 8 Referências Bibliográficas

1. ESCOBAR, S. G. “*Humidity sensor based on MEMS SAW Technology*” Departamento de Engenharia Mecânica, PUC-Rio – 2016.
2. MALUF, N.; “*An Introduction for Microelectromechanical Systems Engineering*”; Artech House: Norwood, MA, 2000.
3. MADOU, M., “*Fundamentals of Microfabrication*”, CRC Press, Inc., Boca Raton, FL, 1997.
4. Berkeley Sensor and Actuator Center, <http://bsac.eecs.berkeley.edu>.
5. Sandia National Laboratories, SUMMiT \* Technologies, <http://www.mems.sandia.gov>.
6. BALLANTINE, D. S., MARTIN, S. J., and RICCO, A. J., “*Acoustic Wave Sensors*”.
7. MARTEN, F. L. - “*Vinyl alcohol polymers*”, in: *Encyclopedia of Polymer Science and Engineering*, vol. 17, MARK, H. F., BIKALES, N. M., OVERBERGER, C. G. & MENDES, G. (eds.), John-Wiley, New York (1985)
8. GOODSHIP, V. – “*Polyvinyl Alcohol : Materials, Processing and Application*” [1 ed.] iSmithers Rapra Publishing, 2010-02-24
9. PEIJS, T., “*Mechanical properties of poly(vinyl alcohol) fiber and composite*”, vol. 26. pp. 83–90, 1995.
10. Método de teste padrão para propriedades de tração de filmes finos de plástico, disponível em: <https://www.astm.org/Standards/D882.htm>.
11. FUKUMORI, T. and NAKAOKI, T., “*Significant Improvement of Mechanical Properties for Polyvinyl Alcohol Film Prepared from Freeze/Thaw Cycled Gel*” *Open J. Org. Polym. Mater.*, vol. 3, no. 110–116, pp. 110–116, 2013.
12. SIELMANN, C., “*Design and Performance of All-Polymer Acoustic Sensors*”, The University Of British Columbia (Vancouver), August 2012
13. RUPPEL, C. C. W. and FIELDLY, T. A., “*Advances in Surface Acoustic Wave Technology, Systems and Applications*” - Vol. II, 2001.
14. GRATE, J. W. and KLUSTY, M., “*Surface acoustic wave vapor sensors based on resonator devices*”, 1991.